

09/719166
528 Rec'd PCT/PTO 13 DEC 2000

DOCKET NO. M&M-033-USA-PCT

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

#3

In re Application of:
H. Fukui

Serial No.: Corresponding to PCT/JP99/04253
filed August 5, 1999

Filed: Concurrently herewith

For: CATIONIC PHOTOCATALYST COMPOSITION
AND PHOTOCURABLE COMPOSITION

CLAIM FOR PRIORITY

Honorable Commissioner of
Patents and Trademarks
Washington, D.C. 20231

Sir:

The benefit of the filing dates of the following prior foreign application filed in Japan is hereby requested for the above identified application and the priority provided in 35 U.S.C. 365 is hereby claimed:

Japanese patent application No. 10/243175 filed August 28, 1998

In support of this claim, a certified copy of said original foreign application was filed with the International Bureau on September 27, 1999, as evidenced by form PCT/IB/304, which is attached.

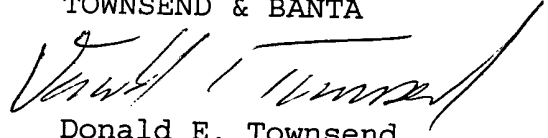
It is requested that the file of this application be marked to indicate that the requirements of 35 U.S.C. 365 have been fulfilled and that the Patent and Trademark Office kindly acknowledge receipt

DOCKET NO. M&M-033-USA-PCT

of these documents.

Respectfully submitted,

TOWNSEND & BANTA



Donald E. Townsend
Reg. No. 22,069

Donald E. Townsend, Jr.

Donald E. Townsend, Jr.
Reg. No. 43,198

TOWNSEND & BANTA
1225 Eye Street, N.W.
Suite 500
Washington, D.C. 20005
(202) 682-4727

Date: 12/12/2008

EKV

PCT/JP99/04253

05.08.99

JP99/4253

日 本 国 特 許 庁

PATENT OFFICE

JAPANESE GOVERNMENT

09/719166

REC'D 27 SEP 1999

WIPO PCT

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日
Date of Application:

1998年 8月28日

出 願 番 号
Application Number:

平成10年特許願第243175号

出 願 人
Applicant(s):

積水化学工業株式会社

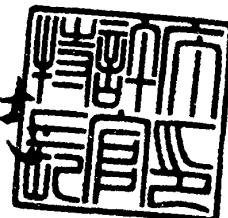
PRIORITY
DOCUMENT

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

1999年 8月27日

特許庁長官
Commissioner,
Patent Office

伴佐山 建志



出証番号 出証特平11-3059870

【書類名】 特許願

【整理番号】 98P02101

【提出日】 平成10年 8月28日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C08G 59/68

【発明の名称】 光カチオン触媒組成物、光硬化性組成物、光硬化性接着シート、及び接合方法

【請求項の数】 7

【発明者】

 【住所又は居所】 京都市南区上鳥羽上調子町2-2 積水化学工業株式会社
社内

 【氏名】 福井 弘司

【特許出願人】

 【識別番号】 000002174

 【氏名又は名称】 積水化学工業株式会社

 【代表者】 西澤 進

【手数料の表示】

 【予納台帳番号】 005083

 【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

 【物件名】 明細書 1

 【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

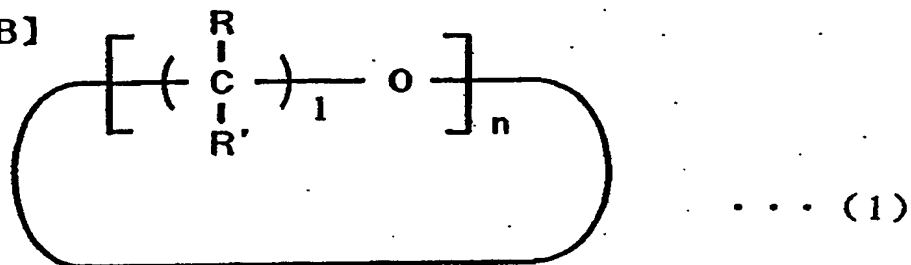
【発明の名称】 光カチオン触媒組成物、光硬化性組成物、光硬化性接着シート、及び接合方法

【特許請求の範囲】

【請求項1】 感光性オニウム塩と、下記の式（1）で表される化合物あるいは式（1）の構造を置換基として含む化合物を含むことを特徴とする光カチオン触媒組成物。

【化1】

【化合物B】



（式中、R及びR'は水素元素、ハロゲン元素、飽和炭化水素基、不飽和炭化水素基、及び炭素・水素・酸素・窒素・硫黄等の元素を適宜組み合わせる置換基等から適宜選ばれる。1及びnは2以上の整数）

【請求項2】 請求項1に記載の光カチオン触媒組成物と、一分子中に少なくとも1つのカチオン重合性基を有する化合物とを含むことを特徴とする光硬化性組成物。

【請求項3】 カチオン重合性基が、エポキシ基であることを特徴とする請求項2に記載の光硬化性組成物。

【請求項4】 増感剤としてのチオキサントン誘導体をさらに含むことを特徴とする請求項2または3に記載の光硬化性組成物。

【請求項5】 請求項2～4の何れかに記載の光硬化性組成物をシート化してなる光硬化性接着シートであって、

硬化前において、0℃～50℃の温度において周波数10Hzにおける該光硬化性接着シートの動的剪断貯蔵弾性率が $10^3 \text{ Pa} \sim 10^{10} \text{ Pa}$ の範囲にあることを特徴とする光硬化性接着シート。

【請求項6】 請求項2～4の何れかに記載の光硬化性組成物を被着体の一方または双方に塗布し、被着体に塗布前または塗布後に光硬化性組成物に光を照射し、被着体同士を貼り合わせることを特徴とする接合方法。

【請求項7】 請求項5に記載の光硬化性接着シートを介して被着体同士を貼り合わせる前または貼り合わせ後に、該光硬化性接着シートに光を照射することを特徴とする接合方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、光カチオン触媒組成物、該光カチオン触媒組成物を含む光硬化性組成物、この光硬化性組成物を用いた光硬化性接着シート並びに接合方法に関し、より詳細には、光照射後十分な可使時間を確保することができ、かつ硬化後の接着強度を高め得る、光カチオン触媒組成物、光硬化性組成物、光硬化性接着シート及び接合方法に関する。

【0002】

【従来技術】

従来、エポキシ基などのカチオン重合性基含有化合物を重合もしくは硬化させる光カチオン触媒としてアリールジアゾニウム塩、トリアリールスルフォニウム塩、ジアリールヨードニウム塩、ベンジルスルフォニウム塩、ホスフォニウム塩などが知られている。これらの光カチオン触媒を、カチオン重合性基を含有する化合物、例えばエポキシ樹脂、オキセタン誘導体、ビニルエーテル誘導体などと混合してなる組成物が、光重合または光硬化に利用されている。

【0003】

上記光硬化反応を利用し得る組成物は、工業的には、塗料、コーティング剤、ワニス、複合剤マトリックス、光造形、接着剤、あるいは粘着剤などへの応用が検討されている。特に、エポキシ樹脂は、その硬化物が、密着性、耐クリープ性、耐光性、耐熱性及び耐薬品性などに優れているため、上述したような種々の用途への応用が検討されている（「新エポキシ樹脂」、垣内弘編著、昭晃堂、1985年）。

【0004】

ところで、上述した用途では、硬化物の被着体に対する密着性や硬化物の耐光性などが優れているだけでなく、光カチオン重合により速やかに硬化すること、すなわち即硬化性が求められる。例えば、塗料、コーティングまたはワニスなどに用いる場合には、光の照射の終了と同時に硬化が完了していることが望ましい。すなわち、短時間の光照射により、速やかに硬化が完了することが強く求められる。

【0005】

他方、上記光カチオン重合を利用した接着剤もしくは粘着剤も注目されている。すなわち、このカチオン重合により得られた硬化物は、耐クリープ性、耐光性、耐水性、耐熱性及び耐薬品性などに優れており、かつ硬化後の接着強度においても優れている。さらに、金属、プラスチックもしくはガラスなどの様々な材料に対する接着性においても優れている。従って、エポキシ樹脂などの光カチオン重合性化合物などの光カチオン硬化を利用した接着剤もしくは粘着剤等が提案されている。

【0006】

上記のような接着剤や粘着剤等を用いる場合、すなわち被着体同士を接合する用途においては、塗料、コーティングまたはワニスなどの用途における即硬化性も求められているものの、同時に、接合作業が可能な可使時間（塗布後接合作業を行い得るまでの時間、オープンタイムとも称されている）が十分な長さを有することが強く求められている。すなわち、光照射が終了した後も、接合作業をできる程度の流動性、濡れ性及び粘着性などが発現していることが強く望まれる。

【0007】

そこで、特開昭63-248825号公報には、ポリ（アルキレンオキサイド）残基部分を含む固着剤を用いた遅延硬化型UV硬化性エポキシ樹脂が開示されている。ここでは、上記ポリ（アルキレンオキサイド）残基部分を含む固着剤を用いることにより、紫外線露光後の皮貼りの生成が抑制されている。皮貼りとは、内部が流動性を維持しているものの、光照射後に表面層が硬化し、濡れ性や粘着性等が損なわれる状態をいうものとする。

【0008】

しかしながら、特開昭63-248825号公報においては、上記ポリ（アルキレンオキサイド）残基部分を含む固着剤を用いることにより皮貼りの生成が遅延されているものの、該固着剤を用いることにより、皮貼りを抑制する性質と、接着性との双方を満たしているため、これら双方の性質を独立に設計することが困難であった。

【0009】

また、特開平3-172378号公報には、ニトリルまたはビニルエーテルで置換された有機材料からなる群から選択したエポキシド硬化遅延剤を含む感光硬化性エポキシ接着剤組成物が開示されている。ここでは、ビニルエーテルで置換された有機材料を用いることにより40分程度の可使時間が確保されている。しかしながら、特開平3-172378号公報に記載の感光硬化性エポキシ接着剤組成物では、可使時間の延長については示されているものの、該接着剤組成物の接着性すなわち接着力については言及されていない。

【0010】

【発明が解決しようとする課題】

本発明の目的は、上述し従来技術の現状に鑑み、光カチオン重合を用いた接着剤もしくは粘着剤等に好適に用いることができ、光照射後の可使時間を十分な長さとするできると共に、硬化後の接着強度も十分な大きさとし得る光カチオン触媒組成物を提供することにある。

【0011】

本発明の他の目的は、上記本発明に係る光カチオン触媒組成物を用いた光硬化性組成物、該光硬化性組成物を用いた光硬化性接着シート、並びにこれらを用いた接合方法を提供することにある。

【0012】

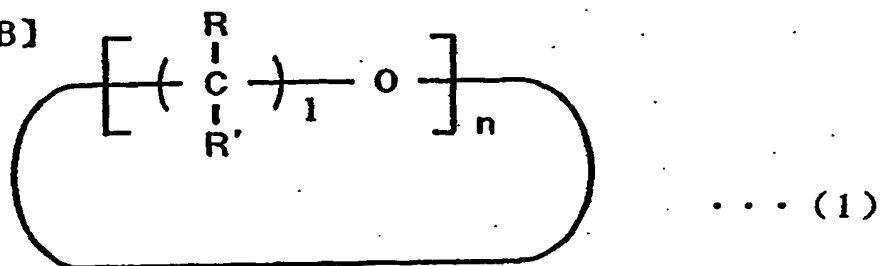
【課題を解決するための手段】

請求項1に記載の発明は、上記課題を達成するためになされたものであり、感光性オニウム塩と、下記の式（1）で表される化合物あるいは、式（1）を置換基として含む化合物を含むことを特徴とする光カチオン触媒組成物である。

【0013】

【化2】

【化合物B】



【0014】

式中、R及びR'は水素元素、ハロゲン元素、飽和炭化水素基、不飽和炭化水素基、及び炭素・水素・酸素・窒素・硫黄等の元素を適宜組み合わせて成る置換基等から適宜選ばれる。1及びnは2以上の整数。

【0015】

請求項2に記載の発明は、請求項1に記載の光カチオン触媒組成物と、一分子中に少なくとも1つのカチオン重合性基を有する化合物とを含むことを特徴とする光硬化性組成物である。

【0016】

請求項3に記載の発明では、上記カチオン重合性基がエポキシ基である。

請求項4に記載の発明では、請求項2または3に記載の発明に係る光硬化性組成物において、増感剤としてさらにチオキサントン誘導体が含有されている。

【0017】

請求項5に記載の発明は、光硬化性接着シートであり、請求項2～4の何れかに記載の光硬化性組成物をシート化してなり、硬化前における0～50℃の温度範囲において周波数10Hzにおける動的剪断貯蔵弾性率が $10^3 \text{ Pa} \sim 10^{10} \text{ Pa}$ の範囲にあることを特徴とする。

【0018】

請求項6に記載の発明は、請求項2～4の何れかに記載の光硬化性組成物を被着体の一方または双方に塗布し、被着体に塗布前または塗布後に光硬化性組成物に光を照射し、被着体同士を貼り合わせることを特徴とする接合方法である。

【0019】

請求項7に記載の発明は、請求項5に記載の光硬化性接着シートを介して被着体同士を貼り合わせる前または貼り合わせ後に、該光硬化性接着シートに光を照射することを特徴とする接合方法である。

【0020】

以下、本発明の詳細を説明する。

本発明に係る光カチオン触媒組成物では、光カチオン触媒活性に優れている上記感光性オニウム塩と、式(1)で表される化合物あるいは、式(1)の構造を置換基として含む化合物とが含有されている。

【0021】

上記感光性オニウム塩としては、特に限定されるわけではないが、芳香族ジアゾニウム塩、芳香族ヨードニウム塩、芳香族スルホニウム塩などを挙げることができる。好ましくは、20～80℃程度の温度で熱触媒活性が低い感光性オニウム塩が、貯蔵安定性を高める点から望ましい。

【0022】

上記感光性オニウム塩の具体的な例としては、商品名イルガキュアー261（チバガイギー社製）、オプトマーSP-150（旭電化工業社製）、オプトマーSP-151（旭電化工業社製）、オプトマーSP-170（旭電化工業社製）、オプトマーSP-171（旭電化工業社製）、UVE1014（ゼネラルエレクトロニクス社製）、CD1012（サートマー社製）、サンエイドSI-60L（三新化学工業社製）、サンエイドSI80L（三新化学工業社製）、サンエイドSI-10L（三新化学工業社製）、CI-2064（日本曹達社製）、CI-2639（日本曹達社製）、CI-2624（日本曹達社製）、CI-2481（日本曹達社製）、RHODORSIL PHOTOINITIATOR 2074（ローヌ・プーラン社製）、UVI-6990（ユニオンカーバイド社製）、BBI-103（ミドリ化学社製）、MPI-103（ミドリ化学社製）、TPS-103（ミドリ化学社製）、MDS-103（ミドリ化学社製）、DTS-103（ミドリ化学社製）、NAT-103（ミドリ化学社製）、NDS-103（ミドリ化学社製）などを挙げることができる。

【0023】

上記感光性オニウム塩は、単独で使用してもよく、あるいは複数種併用してもよい。

式(1)で示される化合物あるいは式(1)の構造を置換基として含む化合物は、本発明に係る光カチオン触媒組成物を光硬化性組成物に利用した場合の可使用時間を延長するために配合されている。上記式(1)で示されるように、この化合物は、エーテル結合と、アルキレン結合とを有する環状化合物もしくは環状構造を置換基として有する化合物である限り特に限定されるものではない。上述した式(1)において、R及びR'は水素元素、ハロゲン元素、飽和炭化水素基、不飽和炭化水素基、あるいは炭素、水素、酸素、窒素もしくは硫黄などの元素を適宜組み合わせる置換基などから適宜選択されるものであり、特に制限されるものではない。また、1及びnは、2以上の整数である。

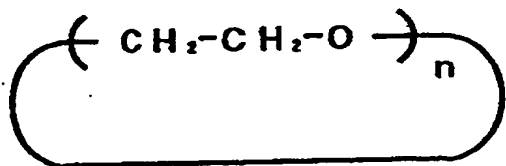
【0024】

式(1)で示す化合物としては、好ましくは、下記の式(2)～(6)で示す化合物B1～B5が用いられる。

【0025】

【化3】

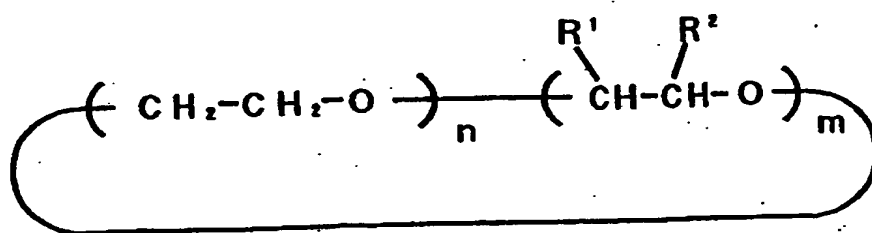
【化合物B1】



【0026】

【化4】

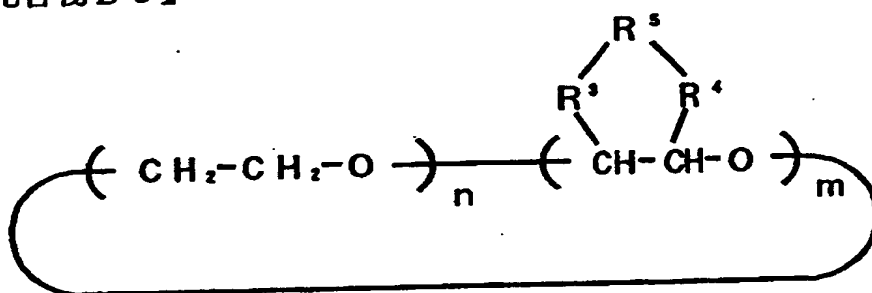
【化合物 B 2】



【0027】

【化5】

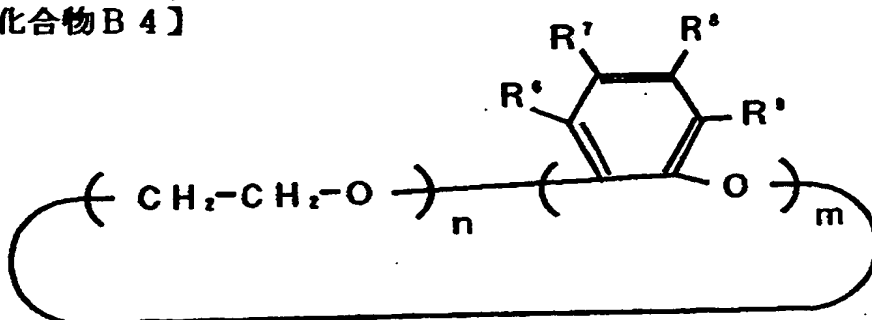
【化合物 B 3】



【0028】

【化6】

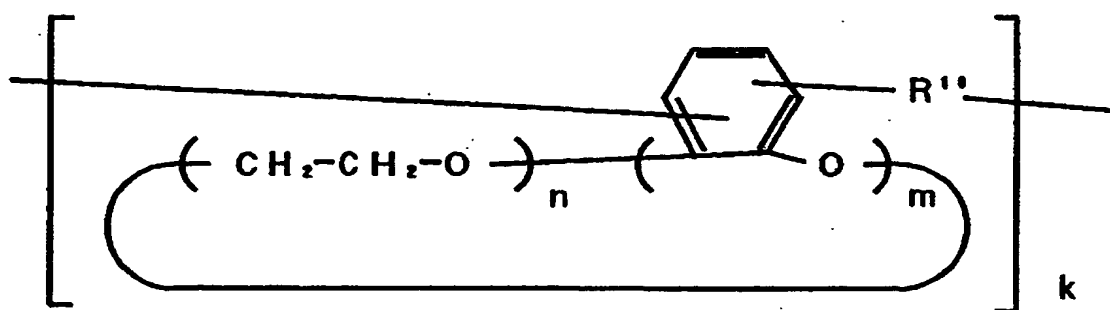
【化合物 B 4】



【0029】

【化7】

【化合物 B5】



【0030】

なお、式(3)～(6)において、 $R^1 \sim R^{10}$ は水素元素、ハロゲン元素、飽和炭化水素基、不飽和炭化水素基、あるいは、炭素、水素、酸素、窒素、硫黄などの元素を適宜組み合わせる置換基などから適宜選ばれるが、特に限定されるものではない。また、 m 、 n 、 k は、それぞれ整数を示す。さらに、式(3)～(6)で示す化合物におけるユニットの連続性については、上述した式で示すようにブロック的であってもよく、ランダム的であってもよく、特に限定されるものではない。

【0031】

式(1)で示される化合物の具体例としては、12-クラウン-4、15-クラウン-5、18-クラウン-6、24-クラウン-8、30-クラウン-10、2-アミノメチル-12-クラウン-4、2-アミノメチル-15-クラウン-5、2-アミノメチル-18-クラウン-6、2-ヒドロキシメチル-12-クラウン-4、2-ヒドロキシメチル-15-クラウン-5、2-ヒドロキシメチル-18-クラウン-6、ジシクロヘキサノ-18-クラウン-6、ジシクロヘキサノ-24-クラウン-8、ジベンゾ-18-クラウン-6、ジベンゾ-24-クラウン-8、ジベンゾ-30-クラウン-10、ベンゾ-12-クラウン-4、ベンゾ-15-クラウン-5、ベンゾ-18-クラウン-6、4'-アミノベンゾ-15-クラウン-5、4'-ブロモベンゾ-15-クラウン-5、4'-ホルミルベンゾ-15-クラウン-5、4'-ニトロベンゾ-15-クラウン-5、ビス〔(ベンゾ-15-クラウン-5)-15-イルメチル〕ピメレー

ト、ポリ〔ジベンゾー 18-クラウン-6〕-c oホルムアルデヒド〕などを挙げることができる。

【0032】

上記式(1)で示される化合物あるいは式(1)の構造を置換基として含む化合物についても、一種のみ使用されてもよく、複数種併用されてもよい。

本発明に係る光カチオン触媒組成物において、上記式(1)で示す化合物あるいは式(1)の構造を置換基として含む化合物の配合割合については、好ましくは、感光性オニウム塩 1 重量部に対し、0.001~100 重量部の範囲とすることが望ましい。式(1)で示す化合物あるいは式(1)の構造を置換基として含む化合物の配合割合が0.001 重量部より少ない場合には、該式(1)で示す化合物あるいは式(1)の構造を置換基として含む化合物の添加による可使時間延長硬化が十分に得られないことがある。逆に、式(1)で示す化合物の配合割合が100 重量部を超えると、可使時間を延長し得るものの、実質上硬化反応が停止している状態に近くなり、可使時間と硬化速度の両立が困難となることがある。より好ましくは、可使時間と硬化速度の両立を果たし易いため、感光性オニウム塩 1 重量部に対し、式(1)で示す化合物あるいは式(1)の構造を置換基として含む化合物を0.01~10 重量部の範囲で配合することが望ましい。

【0033】

また、本発明に係る光カチオン触媒組成物を得るに際しては、上記感光性オニウム塩及び式(1)で示す化合物あるいは式(1)の構造を置換基として含む化合物に加えて、適宜の反応性希釈剤や溶剤等を配合してもよい。

【0034】

本発明に係る光硬化性組成物は、上記本発明に係る光カチオン触媒組成物と、一分子中に少なくとも1つのカチオン重合性基を有する化合物とを含むことを特徴とする。

【0035】

上記化合物に含まれるカチオン重合性基は、カチオン重合性を示す官能基であれば特に限定されず、例えば、ビニロキシ基、スチリル基、エポキシ基、オキセタンル基等を挙げることができる。好ましくは、エポキシ基が接着性及び耐久性

に優れていることから選ばれる。

【0036】

より詳しく例示すると、ビニロキシ基を含む化合物として、例えば、*n*-プロピルビニルエーテル、*n*-ブチルビニルエーテル、イソブチルビニルエーテル、*tert*-ブチルビニルエーテル、*tert*-アミルビニルエーテル、シクロヘキシルビニルエーテル、2-エチルヘキシルビニルエーテル、ドデシルビニルエーテル、オクタデシルビニルエーテル、2-クロロエチルビニルエーテル、エチレングリコールブチルビニルエーテル、トリエチレングリコールメチルビニルエーテル、安息香酸（4-ビニロキシ）ブチル、エチレングリコールジビニルエーテル、ジエチレングリコールジビニルエーテル、トリエチレングリコールジビニルエーテル、テトラエチレングリコールジビニルエーテル、ブタン-1, 4-ジオールジビニルエーテル、ヘキサン-1, 6-ジオールジビニルエーテル、シクロヘキサン-1, 4-ジメタノールジビニルエーテル、イソフタル酸ジ（4-ビニロキシ）ブチル、グルタル酸ジ（4-ビニロキシ）ブチル、コハク酸ジ（4-ビニロキシ）ブチルトリメチロールプロパントリビニルエーテル、2-ヒドロキシエチルビニルエーテル、4-ヒドロキシブチルビニルエーテル、6-ヒドロキシヘキシルビニルエーテル、シクロヘキサン-1, 4-ジメタノールモノビニルエーテル、ジエチレングリコールモノビニルエーテル、3-アミノプロピルビニルエーテル、2-（*N*, *N*-ジエチルアミノ）エチルビニルエーテル、ウレタンビニルエーテル、ポリエステルビニルエーテル等を挙げることができるが、特に限定されるものではない。

【0037】

スチリル基を含む化合物として、例えば、スチレン、*p*-メチルスチレン、 α -メチルスチレン、*p*-メトキシスチレン、*p*-*tert*-ブトキシスチレン、*p*-クロロメチルスチレン、*p*-アセトキシスチレン、ジビニルベンゼン等を挙げることができるが、特に限定されるものではない。

【0038】

エポキシ基を有する化合物の例としては、ビスフェノールA系エポキシ樹脂、水添ビスフェノールA系エポキシ樹脂、ビスフェノールA系エポキシ樹脂、ノボ

ラック型エポキシ樹脂、脂肪族環式エポキシ樹脂、臭素化エポキシ樹脂、ゴム変性エポキシ樹脂、ウレタン変性エポキシ樹脂、グリシジルエステル系化合物、エポキシ化ポリブタジエン、エポキシ化スチレン-ブタジエン-スチレンなどを挙げることができるが、特にこれらに限定されるものではない。

【0039】

上記一分子中に少なくとも1つのカチオン重合性基を有する化合物についても1種のみを用いてもよく、複数種併用してもよい。また、1つのカチオン重合性基以外に、他のカチオン重合性基を一分子中に併せ持つような化合物を用いてもよい。

【0040】

本発明に係る光硬化性組成物では、上記カチオン重合性基を有する化合物の配合割合については、感光性オニウム塩1重量部に対し、10～10000重量部の範囲とすることが望ましい。カチオン重合性基を有する化合物の配合割合が10重量部より少ないと、カチオン重合性基を有する化合物が硬化しても、硬化物において十分な機械的強度を得ることができないことがあり、優れた接着力及び耐久性を期待し得なくなることがある。逆に、カチオン重合性基を有する化合物の配合割合が10000重量部を超えると、光硬化性組成物が硬化するものの、感光性オニウム塩の配合割合が相対的に小さくなり、式(1)で示す化合物あるいは式(1)の構造を置換基として含む化合物の配合割合を減らしたとしても、硬化速度を十分に速めることが困難となることがある。

【0041】

より好ましくは、前述した理由により、感光性オニウム塩1重量部に対し、式(1)で示す化合物あるいは式(1)の構造を置換基として含む化合物を0.001～100重量部の範囲、さらにカチオン重合性基を有する化合物を10～10000重量部の範囲で配合してなる光硬化性組成物が望ましい。

【0042】

また、好ましくは、光重合もしくは光硬化を促進するために増感剤を添加してもよい。増感剤として例えば、アントラセン、ペリレン、コロネン、テトラセン、ベンズアントラセン、フェノチアジン、フラビン、アクリジン、ケトクマリン

、チオキサントン誘導体、ベンゾフェノン、アセトフェノン等を挙げることができるが、増感性を示す限り特に検定されない。

【0043】

好ましくは、増感剤としては、チオキサントン誘導体が用いられる。チオキサントン誘導体は優れた増感作用を有し、かつ取扱いが容易である。

上記チオキサントン誘導体としては、特に限定されるわけではないが、例えば、2-クロロチオキサントン、2,4-ジメチルチオキサントン、2,4-ジエチルチオキサントン、2,4-ジイソプロピルチオキサントン、イソプロピルチオキサントンなどを挙げることができる。

【0044】

上記チオキサントン誘導体の配合割合については、好ましくは、感光性オニウム塩 1 重量部に対し、0.01~100 重量部の範囲とすることが望ましい。チオキサントン誘導体の配合割合が 0.01 重量部より少ない場合には、増感作用が十分に得られないことがあり、硬化速度が速くならないことがある。逆に、チオキサントン誘導体の配合割合が 100 重量部を超えると、増感作用が過度に現れ、可使時間を確保することが困難となることがある。

【0045】

より好ましくは、上述した理由により、感光性オニウム塩 1 重量部に対し、式 (1) で示す化合物あるいは式 (1) の構造を置換基として含む化合物が 0.01~100 重量部、カチオン重合性基を有する化合物が 10~10000 重量部、チオキサントン誘導体が 0.01~100 重量部の割合で配合されている光硬化性組成物が用いられる。

【0046】

本発明に係る光カチオン触媒組成物及び光硬化性組成物は、好ましくは、300~800 nm の範囲の波長成分を含む光に感光するものであることが望ましい。この場合、感光する化合物は、少なくとも感光性オニウム塩と、チオキサントン誘導体である。

【0047】

300 nm 未満の波長成分を含む光にのみ感光する場合には、光硬化性組成物

を厚く塗布すると、光照射面において前述した皮貼りが生じ易くなると共に、表層から深部にかけて均一に硬化しないことがある。逆に、800nmを超える波長成分を含む光にのみ感光する場合には、皮貼りが生じ難く、表層から深部にかけて均一に硬化するものの、十分な光エネルギーを与えることが難しくなり、硬化速度を速めることができないことがある。従って、上記のように、光カチオン触媒組成物及び光硬化性組成物においては、300～800nmの波長成分を含む光に感光するものであることが望ましい。

【0048】

本発明に係る光触媒組成物及び光硬化性組成物に光照射する際に用いられる光源としては、特に限定されるわけではないが、300～800nmの範囲に発光分布を有するものが好適に用いられる。このような光源の例としては、低圧水銀灯、中圧水銀灯、高圧水銀灯、超高圧水銀灯、ケミカルランプ、ブラックライトランプ、マイクロウェーブ励起水銀灯、メタルハライドランプ、ナトリウムランプ、蛍光灯などを挙げることができる。

【0049】

特に、表層のみの硬化を抑制し、内部硬化を実現するには、300nm以下の波長の光をカットして光照射してもよい。さらに、太陽光のような自然光を用いてもよい。

【0050】

本発明に係る光硬化性組成物は、接着剤や成形体を構成するための組成物等に好適に用いることができる。例えば、ホットメルト型接着剤、接着シート、液状接着剤、注型成形用組成物などに好適に用いられる。

【0051】

本発明に係る光硬化性組成物をホットメルト型接着剤として用いる場合には、該光硬化性組成物は、50～200℃の範囲の温度において溶融し、かつ200℃における粘度が1000000cps以下であることが望ましい。50℃未満の温度で溶融すると、常温における凝集力が低下し、組成物の塗布直後の初期接着性が期待できないことがある。逆に、200℃を超えて初めて溶融する場合には、高温で溶融した組成物により、被着体が熱劣化する可能性がある。また、2

00℃における粘度が1000000cpsを超えると、光硬化性組成物の濡れ性、流れ性が著しく低下し、被着体に対する塗布作業が非常に困難となることもあり、初期接着力の確保も困難となりがちとなる。

【0052】

また、本発明に係る光硬化性組成物をホットメルト型接着剤として用いる場合、好ましくは、該組成物は、30～180℃の範囲の温度において、環球式測定法による軟化点が存在することが望ましい。30℃より低い温度に軟化点が存在すると、常温による凝集力が低下し、組成物塗布直後の初期接着性が期待できないことがある。180℃を超えた温度に軟化点が存在すると、高温で熔融した光硬化性組成物により、被着体が熱劣化する可能性がある。

【0053】

なお、上記ホットメルト型接着剤として本発明に係る光硬化性組成物を用いて被着体同士を接合する場合、光硬化性組成物を加熱熔融し、被着体の一方または双方に熔融状態で塗布し、該塗布前または塗布後に光を照射し、しかる後被着体同士を貼り合わせることが好ましい。

【0054】

本発明に係る光硬化性接着シートは、本発明に係る光硬化性組成物をシート化してなり、かつ硬化前において、0～50℃の温度において周波数10Hzにおけるシートの動的剪断貯蔵弾性率が 10^3 Pa～ 10^{10} Paの範囲にある。動的剪断貯蔵弾性率が 10^3 Pa未満の場合には、凝集力が低くなり、もはやシートとしての形態を保持することが困難となる。逆に、動的剪断貯蔵弾性率が 10^{10} Paを超えると、凝集力が強く発現するため、被着体に対する濡れ性あるいは密着性が低下し、十分な接着強度を得ることができない。

【0055】

本発明に係る光硬化性組成物は、上述したように液状の接着剤として用いることができる。この場合、好ましくは、0～40℃の範囲において、光硬化性組成物の粘度が1～1000000cpsの範囲にあることが好ましい。この粘度が1cps未満の場合には、光硬化性組成物の流動性が高くなり過ぎ、塗布すべきでない部分まで流れ易くなり、作業性が低下することがある。逆に、上記粘度が

1000000 cps を超えると、流動性が著しく低下し、塗布作業が困難となることがある。

【0056】

本発明に係る接合方法は、上記光硬化性組成物及び光硬化性接着シートなどの形態に応じて、適宜の方法で行い得る。

請求項6に記載のように、上記光硬化性組成物を接着剤として用いて接合する場合には、光硬化性組成物を被着体の一方もしくは双方に塗布した後、光を照射し、光照射後に被着体同士を貼り合わせる。この場合、光を照射しても、上記式(1)で示す化合物あるいは式(1)の構造を置換基として含む化合物の配合により十分な可使時間が確保されているため、余裕をもって貼り合わせ作業を行うことができる。

【0057】

また、請求項7に記載のように、光硬化性接着シートを用いて被着体同士を接合する場合には、被着体同士を貼り合わせる前または貼り合わせ後に、光硬化性接着シートに光を照射すればよい。もっとも、上記のように、式(1)で示す化合物あるいは式(1)の構造を置換基として含む化合物の配合により可使時間が十分な長さとしてされているため、被着体の一方に光硬化性接着シートを貼付した後、光を照射し、しかる後被着体同士を光硬化性接着シートを介在させて貼り合わせることが望ましい。

【0058】

本発明に係る光硬化性組成物は、接着剤だけでなく、注型成形用組成物として用いることができる。この場合、光硬化性組成物の20℃における粘度は1000000 cps 以下であることが望ましい。1000000 cps を超えると、流動性が低下し、成型型に光硬化性組成物を注型することが困難となる。

【0059】

上記光硬化性組成物を用いて成型体を得る場合には、光硬化性組成物に光を照射した後、成型型に流し込み、硬化させることが望ましい。この場合においても、式(1)で示す化合物あるいは式(1)の構造を置換基として含む化合物の配合により硬化が遅延されるため、光硬化性組成物を型に円滑に流し込むことがで

きる。また、型に光硬化性組成物を流し込んだ後に光照射する場合には、光の到達ムラが生じ、均一な成形体を得ることが困難である。これに対して、上記のように光硬化性組成物を型に流し込む前に光を照射した場合には、光硬化性組成物が光により均一に照射されることになるため、均一な成形体、すなわち硬化ムラや基本的には機械的強度のばらつきが少ない成形体を得ることができる。

【0060】

本発明に係る光カチオン触媒組成物及び光硬化性組成物においては、本発明の目的を阻害しない範囲で、公知の粘着付与樹脂、増粘剤、増量剤などを適宜配合してもよい。

【0061】

例えば、粘着付与樹脂としては、ロジン系樹脂、変成ロジン系樹脂、テルペン系樹脂、テルペンフェノール系樹脂、芳香族変成テルペン系樹脂、C5系またはC9系の石油系樹脂、クマロン樹脂などを添加してもよい。特に、被着体がポリオレフィンの場合には、強い接着力を発現させ得るため、ロジン系樹脂や石油系樹脂が好ましく用いられる。

【0062】

また、塗工性を高めるために、アクリルゴム、エピクロルヒドリンゴム、イソプレンゴム、ブチルゴムなどの増粘剤；コロイダルシリカ、ポリビニルピロリドンなどのチキソトロップ剤；炭酸カルシウム、酸化チタン、クレーなどの増量剤；ポリエステル、アクリルポリマー、ポリウレタン、シリコーン、ポリエーテル、ポリビニルエーテル、ポリ塩化ビニル、ポリ酢酸ビニル、ポリイソブチレン、ワックス類などの調整剤を添加してもよい。

【0063】

さらに、本発明に係る光硬化性組成物を接着剤として用いる場合、高い剪断接着力を実現させるために、ガラスバルーン、アルミナバルーン、セラミックバルーンなどの無機中空体；ナイロンビーズ、アクリルビーズ、シリコンビーズなどの有機球状体；塩化ビニリデンバルーン、アクリルバルーンなどの有機中空体などの有機中空体；ガラス、ポリエステル、レーヨン、ナイロン、セルロース、アセテートなどの単繊維などを添加してもよい。

【 0 0 6 4 】

上記ガラス繊維を配合する場合には、繊維状のチップを組成物中に添加することができるが、ガラス織布に上記光硬化性組成物を含浸し、重合することにより、高い剪断接着力を得ることができる。

【 0 0 6 5 】

(作用)

請求項 1 に記載の発明に係る光カチオン触媒組成物では、感光性オニウム塩に加えて、式 (1) で示す化合物あるいは式 (1) の構造を置換基として含む化合物が含まれているので、該式 (1) で示す化合物あるいは式 (1) の構造を置換基として含む化合物の作用により、光カチオン重合性化合物と混合し光を照射した場合、硬化が遅延され、十分な可使時間を確保することができる。これは、上記式 (1) で示す化合物あるいは式 (1) の構造を置換基として含む化合物が環状エーテルを含む化合物であることによると考えられる。

【 0 0 6 6 】

また、上記式 (1) に示す化合物あるいは式 (1) の構造を置換基として含む化合物の作用により硬化が遅延されるが、該式 (1) で示す化合物あるいは式 (1) の構造を置換基として含む化合物は、硬化後の接着強度にはほとんど影響を与えない。従って、十分な可使時間を確保し得るだけでなく、光硬化性組成物の硬化後の接着強度についても十分な大きさとされる。

【 0 0 6 7 】

すなわち、十分な長さの可使時間と、十分な硬化後の接着強度を両立することができると共に、これらを独立して設計することができる。

請求項 2 に記載の発明に係る光硬化性組成物では、上記光カチオン触媒組成物と、カチオン重合性基を有する化合物とを含むため、請求項 1 に記載の発明の場合と同様に、十分な可使時間を確保し得ると共に、硬化後の接着強度についても十分な大きさとされる。

【 0 0 6 8 】

請求項 3 に記載の発明では、カチオン重合性基がエポキシ基であるため、接着性及び耐久性が一層高められる。

請求項 4 に記載の発明では、増感剤としてチオキサントン誘導体がさらに含有されているので、該チオキサントン誘導体の増感作用により硬化速度を高めることができる。すなわち、チオキサントン誘導体と、上記式 (1) で示す化合物あるいは式 (1) の構造を置換基として含む化合物の配合割合とを調整することにより、可使時間及び即硬化性を容易に調整することができる。

【0069】

請求項 5 に記載の発明に係る光硬化性接着シートは、本発明に係る光硬化性組成物を用いて構成されており、かつ上記のように 0℃～50℃の温度範囲において、周波数 10Hz における動的剪断貯蔵弾性率が $10^3 \text{ Pa} \sim 10^{10} \text{ Pa}$ の範囲にあるため、被着体に対して容易にかつ確実に貼付することができると共に、硬化後には、十分な接着強度を発現する。加えて、本発明に係る光硬化性組成物を用いて構成されているので、上述した請求項 2～4 の何れかに記載の場合と同様に、十分な可使時間を確保することができ、固体に光硬化性接着シートを貼付する前または被着体の一方に貼付した後に光を照射し、十分な余裕をもって被着体同士を貼り合わせることができる。

【0070】

請求項 6 に記載の発明に係る接合方法では、本発明に係る光硬化性組成物を用いて被着体同士を接合するにあたり、被着体の一方または双方に光硬化性組成物を塗布した後、光を照射し、しかる後被着体同士を貼り合わせる。この場合、光照射後十分な可使時間が確保されるため、余裕をもって被着体同士を容易にかつ確実に貼り合わせることができる。また、光照射後、光硬化性組成物が硬化することにより、十分な接着強度が発現される。

【0071】

同様に、請求項 6 に記載の発明に係る接合方法においても、上記のように、本発明に係る光硬化性接着シートを用いて被着体同士を貼り合わせるにあたり、光硬化性接着シートに光を照射してから被着体同士が貼り合わされる。この場合においても、十分な可使時間が確保されているので、光照射後余裕をもって被着体同士を貼り合わせることができる。

【0072】

【実施例】

以下、本発明の非限定的な実施例を挙げることにより、本発明をより具体的に説明する。

【0073】

(実施例1-光カチオン触媒組成物の調整)

約50mlのサンプル瓶内に、感光性オニウム塩として旭電化工業社製、商品名：オプトマーSP170を20gと、式(1)で示す化合物として、18-クラウン-6を10gとを混合し、スターラーにより攪拌し、光カチオン触媒組成物を得た。なお、18-クラウン-6は、前述した構造の化合物B1において $n=6$ の割合に相当する。

【0074】

(実施例2-光カチオン触媒組成物の調整)

約50mlのサンプル瓶内に、感光性オニウム塩として旭電化工業社製、商品名：オプトマーSP150を20gと、式(1)で示す化合物として、18-クラウン-6を10gとを混合し、スターラーにより攪拌し、光カチオン触媒組成物を得た。

【0075】

(実施例3-光カチオン触媒組成物の調整)

約50mlのサンプル瓶内に、感光性オニウム塩としてユニオンカーバイド社製、商品名：UVI-6990を20gと、式(1)で示す化合物として、18-クラウン-6を10gとを混合し、スターラーにより攪拌し、光カチオン触媒組成物を得た。

【0076】

(実施例4-光カチオン触媒組成物の調整)

0.5Lのセパラブルフラスコ内において、実施例1で得た光カチオン触媒組成物9gと、エポキシ樹脂化合物としてビスフェノールA系エポキシ樹脂（油化シェルエポキシ社製、商品名：エピコート823）300gと混合し、攪拌し、光硬化性組成物を得た。得られた光硬化性組成物の粘度は、25℃において14000cpsであった。

【0077】

上記のようにして得た光硬化性組成物を液状の接着剤組成物として用い、後述の評価方法により、光照射後、皮貼りが生じるまでの時間及び剪断接着力を評価した。その結果、光を照射してから皮貼りが発生するまでの時間は90分であった。また、剪断接着力は、 110 kgf/cm^2 であった。さらに、光照射後5分後に貼り合わせたことを除いては上記と同様にしてステンレス板同士を貼り合わせた場合、剪断接着力は 103 kgf/cm^2 であった。

【0078】

(比較例1)

実施例4と同様にして、ただし、式(1)で示す化合物として18-クラウン-6を用いなかったことを除いては、実施例4と同様にして光硬化性組成物を調整した。この光硬化性組成物の25℃における粘度は 14000 cps であった。

【0079】

上記光硬化性組成物を液状接着剤として用い、実施例4と同様にして評価した。その結果、光照射後皮貼りまでの時間は、1分にも満たなかった。また、ステンレス板を用いた剪断接着力は、光照射直後に貼り合わせた場合には 113 kgf/cm^2 であり、光照射5分後に貼り合わせた場合には 1 kgf/cm^2 に満たなかった。

【0080】

従って、実施例4及び比較例1の比較から、式(1)で示す化合物を配合してなる実施例4では、皮貼りまでの時間を著しく長くできると共に、光照射5分後に貼り合わせた場合の剪断接着力が著しく高められ、従って硬化速度についても十分な大きさとされ得ることがわかる。

【0081】

(実施例5～8)

実施例4と同様にして、ただし下記の表1に示した組成比(重量比)となるように感光性オニウム塩及び式(1)で示す化合物及びエポキシ化合物を配合してそれぞれ光硬化性組成物を焼成し、実施例4と同様にして評価した。結果を下記

の表 1 に示す。なお、ジベンゾ 18-クラウン-6 は、前述した構造の化合物 B 6 において、 $n=4$ 、 $m=2$ 、 $R^6 \sim R^9$ が水素である場合に相当する。

【0082】

(比較例 2～5)

実施例 4 と同様にして、ただし式 (1) で示す化合物を用いずに、下記の表 1 に示す組成比 (重量比) で、感光性オニウム塩化合物、エポキシ化合物をそれぞれ配合し、比較例 2～5 の光硬化性組成物を得た。この比較例 2～5 の光硬化性組成物について、実施例 4 と同様にして評価した。結果を下記の表 1 に示す。

【0083】

表 1 から明らかなように、実施例 4～8 では、感光性オニウム塩に加えて、式 (1) で示す化合物が配合されているため、皮貼り発生までの時間を長くすることができ、従って接着に際しての作業性を高め得ることがわかる。

【0084】

逆に、実施例 4～8 に対応する比較例 1～5 では、それぞれ光照射直後から急速に皮貼りが発生していた。従って、実施例 4～8 の光硬化性組成物を接着剤として用いた場合、光照射後、余裕をもって接合作業を行い得るのに対し、対応の比較例 1～5 では、光照射後ただちに貼り合わせなければ十分な接着力の得られないことがわかる。

【0085】

(実施例 9)

実施例 1 で得た光カチオン触媒組成物 9 重量部と、脂環式エポキシ樹脂 (ユニオンカーバイド社製、商品名: ERL 4221) 120 重量部と、エポキシ化 SBS (ダイセル化学工業社製、商品名: エポフレンド A1020) 120 重量部と、粘着付与樹脂 (未水添石油樹脂、三井石油化学工業社製、商品名: FTR 6125) 60 重量部とを、加熱オイルを循環させ得るジャケットが設けられたブラネタリーミキサーに投入し、アルミ箔で全体を覆った後、150℃の温度で、30rpm で 30 分間混合し、光硬化性組成物を得た。この組成物の粘度は、150℃で 7000cps、軟化点は 90℃であった。

【0086】

上記のようにして得た光硬化性組成物を、反応性ホットメルト接着剤として使用し、後述の評価方法に従って、可使時間及び剥離接着力を評価した。可使時間は5分であった。

光照射直後に貼り合わせた場合には、剥離接着力は $2.5 \text{ kgf} / 25 \text{ mm}$ 、光照射5分後に貼り合わせた場合には、 $2.3 \text{ kgf} / 25 \text{ mm}$ であった。

【0087】

(比較例6)

式(1)で示す化合物を用いなかったことを除いては実施例9と同様にして、光硬化性組成物を得た。この光硬化性組成物の150における粘度は 7000 cps であり、軟化点は 90°C であった。

【0088】

また、上記光硬化性組成物を、実施例9の場合と同様に反応性ホットメルト接着剤として用い、可使時間及び剥離接着力を評価した。その結果、可使時間は1分にも満たなかった。また、剥離接着力は、光照射直後に貼り合わせた場合には、 $2.5 \text{ kgf} / 25 \text{ mm}$ であり、光照射5分後に貼り合わせた場合には、貼り合わせが困難であった。

【0089】

(実施例10及び比較例7)

実施例9と同様にして、ただし、下記の表2に示す配合割合に従って各成分を配合し、実施例10及び比較例7の各光硬化性組成物を得た。このようにして得た光硬化性組成物について、粘度、軟化点、可使時間及び剥離接着力を実施例9と同様にして測定した。結果を下記の表2に示す。

【0090】

実施例9及び10の結果から、比較例6、7に比べ、式(1)で示す化合物を用いたことにより、可使時間が十分な長さとなされ、光照射後余裕をもって接合作業を行い得ることがわかる。これに対して、対応の比較例6、7では、光照射直後ただちに接合作業を行わないと、十分な接着力の得られないことがわかる。

【0091】

(実施例11)

0.5 L セパラブルフラスコ中において実施例 9 で得た光硬化性組成物 100 g と、酢酸エチルトルエン（重量比 70/30）混合液 100 g とを混合し、得られた光硬化性組成物溶液をペーカー式アプリーケーターを用いて、表面が離型処理されたポリエチレンテレフタレートフィルム上に塗工し、110℃で5分間乾燥し、厚み 100 μ m の光硬化性接着シートを得た。得られた光硬化性接着シートの 25℃における周波数 10 Hz における動的剪断貯蔵弾性率は 10^6 であった。

【0092】

上記のようにして得られた光硬化性接着シートの可使時間及び剥離接着力を後述の方法に従って評価した。その結果、可使時間は5分であった。また、剥離接着力は照射直後に貼り合わせた場合 2.5 kgf/25 mm であり、照射5分後に貼り合わせた場合には 2.3 kgf/25 mm であった。

【0093】

（比較例 8）

比較例 6 の組成物を実施例 9 の組成物に代えて用いたことを除いては、実施例 11 と同様にして光硬化性接着シート（厚み 100 μ m）を得た。得られた光硬化性接着シートを 25℃における周波数 10 Hz における動的剪断貯蔵弾性率は 10^6 であった。

【0094】

このようにして得た光硬化性接着シートについて、実施例 11 と同様にして、評価した。その結果、可使時間は1分未満であり、剥離接着力については、照射直後に貼り合わせた場合には 2.5 kgf/25 mm であったものの、照射後5分後に貼り合わせた場合には貼り合わせ自体不可能であった。

【0095】

（実施例 12）

実施例 5 で得た光硬化性組成物を、1000 mL のシリンジに充填し、吐出口にポリ塩化ビニル管を取り付け、光硬化性組成物がポリ塩化ビニル管を流れている間に、照射量が 365 nm の波長の光で 900 mJ/cm² の光エネルギーとなるように照射しつつ、成型型（テフロン製、100 mm×100 mm×11

0 mm) に注ぎ込んだ。注型後 25℃ で 7 日間養生した後、成型型から取り出し、直方体状の成形体を得た。

【0096】

(比較例 9)

実施例 12 と同様にして、ただし、実施例 5 の組成物に代えて比較例 2 で得た組成物を用い、同様にして成形体の製造を試みた。しかしながら、光硬化性組成物がポリ塩化ビニル管を通過している間に増粘し、型内に組成物を注ぐことが困難であり、成形体を得ることができなかった。

【0097】

(評価方法)

上述した実施例 1 ～ 12 及び比較例 1 ～ 9 における①照射後皮貼りするまでの時間、②剪断接着力、③可使時間及び④剥離接着力については、以下の要領で評価した。

【0098】

①照射後皮貼りするまでの時間…光硬化性組成物をステンレス板 (SUS304) 上に 50 μ m の厚みとなるように塗布し、365 nm の波長の光を強度 30 mW/cm² で 30 秒照射した後、照射面の皮貼りの有無を指による触診で評価した。すなわち、指による触診において、濡れ感あるいは粘着感を感じなくなった場合、皮貼りが発生したと判断し、照射後皮貼り発生までの時間を求めた。

【0099】

②剪断接着力…JIS Z6850 に準じ、長さ 150 mm × 厚さ 2 mm のステンレス板 (SUS304、以下被着体 A と略す。) の表面を耐水研磨紙 #280 で研磨し、酢酸エチルで表面を脱脂乾燥させ、該ステンレス板の表面に光硬化性組成物を 50 μ m の厚みに塗布した。次に、300 ～ 370 nm の波長領域において、照射量が 365 nm の波長の光で強度 30 mW/cm² 及び照射時間 30 秒となるように光を照射した。照射後、ただちに、あるいは所定時間経過後に、別途用意した別の被着体 A を貼り合わせ、剪断接着力試験片を得た。貼り合わせ後、何れの剪断接着力試験片についても、25℃ で 7 日間養生した後、引

引っ張り試験機を用い、引っ張り速度 10 mm/分の条件で剪断接着力を測定した。

【0100】

③可使時間…④の剥離接着力試験片を作製するに際し、塗布した組成物に光を照射し、所定時間経過後に、別の被着体を貼り合わせるに際し、所定時間経過して貼り合わせた場合と、照射直後に貼り合わせた場合とほぼ同じ接着力を示した場合、その所定時間の最大時間を可使時間とした。

【0101】

④剥離接着力…150℃に設定されたロールコーターを用い、実施例9もしくは10及び比較例6もしくは7で得た組成物を、SPCCダル鋼板(25×125×1.6mm)に50～150μmの厚さに塗布した。次に、300～370nmの波長領域で、光照射量が365nmの波長の光で30mW/cm²の強度となるように30秒間光を照射した。

【0102】

実施例9及び比較例6の場合には、光照射後及び所定時間経過後に、それぞれ、9号綿頒布(25×125mm)を重ね合わせ、23℃で2分間、0.5kgf/cm²の圧力でプレスし、剥離接着力試験片を得た。貼り合わせ後、25℃で7日間溶融した後、JIS K6854に準じ、浮動ローラー法剥離試験を行い、剥離接着力を測定した。

【0103】

実施例10及び比較例7の場合には、光照射後及び所定時間経過後に、それぞれ、9号綿頒布(25×125mm)を重ね合わせ、120℃、2分間、0.5kgf/cm²の条件で加熱プレスした後、23℃で2分間、0.5kgf/cm²の圧力で再度プレスし、剥離接着力試験片を得た。何れの試験片についても、貼り合わせ後、25℃で7日間養生した後、JIS K6854に準じ、浮動ローラー法剥離試験を行い、剥離接着力を評価した。

【0104】

【表1】

光硬化性 組成物	光カチオン 触媒組成物	化合物 (A) (重量部)	SP-170	実施例	比較例	実施例	比較例	実施例	比較例	実施例	比較例			
			SP-150	2	2	2	2	2	2	2	2	2		
			18-クワン-6	1		1				1		1		
			ベクトル-18-クワン-6							1				
			化合物 (B) (重量部)											
		化合物 (C) (重量部)	エポ-1828	100	100									
			EP4080			100	100			100	100	100	100	
			CHDVE							100	100			
			評価項目	粘度 (25℃) (cps)	1400	1400	3500	3500	5	5	3500	3500	3500	3500
				皮張りするまでの時間 (分)	90	<1	60	<1	10	<1	40	<1	90	<1
	剪断接着力 (kgf/cm ²)	光照射直後に貼り合わせた場合	110	113	108	105	54	58	105	107	109	105		
		光照射5分後に貼り合わせた場合	103	<1	106	<1	49	<1	106	<1	102	<1		

【0105】

表1における商品名の詳細は以下の通り。

エピコート828：ビスフェノールA系エポキシ樹脂（油化シェルエポキシ樹脂）

EP-4080：水添ビスフェノールAエポキシ樹脂（旭電化社製）

CHDVE：シクロヘキサンジメタノールジビニルエーテル

【0106】

【表2】

光硬化性 組成物	光カチオン 触媒組成物	化合物 (A) (重量部)	化合物 (B) (重量部)	化合物 (C) (重量部)	粘着樹脂	実施例	比較例	実施例	比較例
		SP-170				9	6	10	7
						2	2	2	2
						1		1	
				ERL4221		40	40		
				エポフレンドA1020		40	40	60	60
				エピコートRXE21				40	40
					粘着樹脂 FTR6125	20	20		
評価項目	粘度 (150℃) (cps)					7000	7000	510000	510000
	軟化点 (℃)					90	90	80	80
	可使用時間 (分)					5	<1	5	<1
	剝離接着力 (kgf/25mm)					2.5	2.5	2.3	2.1
						2.3	貼合不可	2.2	貼合不可

【0107】

表2における商品名の詳細は以下の通り。

ERL4221：脂環式エポキシ樹脂（ユニオンカーバイド日本社製）

エポフレンドA1020：エポキシ化SBS（ダイセル化学工業社製）

エピコートRXE21：脂肪族エポキシ樹脂（油化シェルエポキシ樹脂）

FTR6125：未水添石油樹脂（三井石油化学工業社製）

【0108】

【発明の効果】

本発明に係る光カチオン触媒組成物では、光カチオン重合性触媒としての感光性オニウム塩に対し、式(1)で示す化合物が配合されているので、光カチオン重合性化合物と共に用い、光を照射した場合、式(1)で示す化合物の作用により、光照射後十分な可使時間を確保することができると共に、硬化後の接着性が、通常の光カチオン重合触媒を用いて硬化させて得られた接着性と同等の接着性を示す硬化物を与える。

【0109】

従って、本発明に係る光カチオン触媒組成物を用いた請求項2に記載の発明に係る光硬化性組成物では、光照射後の可使時間が長いため、余裕をもって接合作業などを行い得ると共に、硬化後には、十分な接着強度等を発現させることができる。

【0110】

また、請求項3に記載のように、カチオン重合性基がエポキシ基である場合には、接着性及び耐久性をさらに高め得る。

請求項4に記載の発明では、増感剤として、チオキサントン誘導体が配合されているので、光硬化性組成物の硬化速度を高めることができる。

【0111】

請求項5に記載の発明に係る光硬化性接着シートでは、本発明に係る光硬化性組成物をシート化してなるため、被着体同士を接合するにあたり、十分な可使時間を確保し得るので、余裕をもって被着体同士を接合することができる。

【0112】

同様に、請求項6、7に記載の発明に係る各接合方法では、本発明に係る光硬化性組成物や光硬化性接着シートを用いて接着するにあたり、光照射後に被着体同士を貼り合わせるが、この場合、光照射後の可使時間は十分な長さとなっているので、被着体同士を余裕をもって確実に接合することができ、接合作業の作業性を高めることができる。

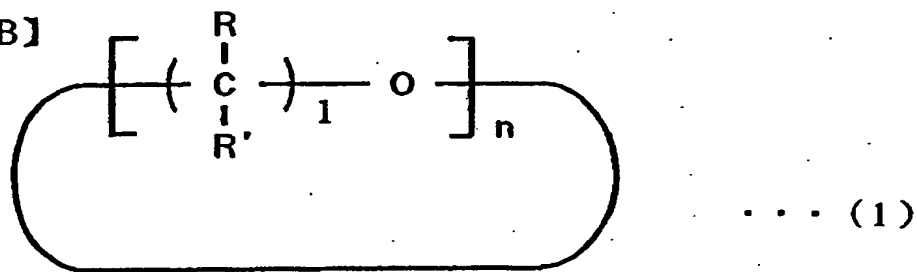
【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 光カチオン重合を利用した光カチオン触媒組成物及び光硬化性組成物であって、十分な可使時間と接着性を発現し得るものを提供する。

【解決手段】 感光性オニウム塩と、下記の式（１）で表される化合物とを含む光カチオン触媒組成物、並びに上記光カチオン触媒組成物と、一分子中に少なくとも１つのエポキシ基を有するエポキシ化合物を含む光硬化性組成物。

【化合物Ｂ】



（式中、R及びR'は水素元素、ハロゲン元素、飽和炭化水素基、不飽和炭化水素基、及び炭素、水素、酸素、窒素、硫黄等の元素を適宜組み合わせて成る置換基等から適宜選ばれる。1及びnは2以上の整数）

【選択図】 なし

特平 10-243175

【書類名】 職権訂正データ
【訂正書類】 特許願

<認定情報・付加情報>

【特許出願人】 申請人
【識別番号】 000002174
【住所又は居所】 大阪府大阪市北区西天満2丁目4番4号
【氏名又は名称】 積水化学工業株式会社

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000002174]

1. 変更年月日	1990年 8月29日
[変更理由]	新規登録
住 所	大阪府大阪市北区西天満2丁目4番4号
氏 名	積水化学工業株式会社

